

## KARAKTERISASI SILIKA SEKAM PADI DENGAN VARIASI TEMPERATUR *LEACHING* MENGGUNAKAN ASAM ASETAT

Lanny Sapei, Karsono Samuel Padmawijaya, Agustina Sutejo, dan Liliana Theresia

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Surabaya  
Raya Kalirungkut, Surabaya, Jawa Timur, Indonesia  
Email: lanny301@yahoo.com

### Abstrak

*Sekam padi merupakan salah satu limbah pertanian yang sangat berlimpah di Indonesia namun pemanfaatannya belum optimal. Pembakaran sekam padi secara langsung dapat menyebabkan polusi udara dan masalah lingkungan. Pada dasarnya, sekitar 20 % dari sekam padi terdiri dari silika amorf yang cukup reaktif dan memiliki potensi yang tinggi sebagai bahan baku produk berbasis silika. Tujuan dari penelitian ini adalah mempelajari pengaruh temperatur selama proses perlakuan awal sekam padi menggunakan asam asetat terhadap karakteristik silika yang dihasilkan. Karakterisasi abu silika meliputi analisa komposisi dan strukturnya menggunakan Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), X-ray Diffraction (XRD), X-ray Fluorescence (XRF). Luas permukaan spesifik silika ditentukan menggunakan Brunauer, Emmet, Teller-Surface Area Analyzer (BET-SAA). Silika yang dihasilkan dari penelitian ini berbentuk amorf. Kemurnian silika tertinggi dengan kadar Si sebesar 93,4% diperoleh dari sekam padi dengan perlakuan awal pada temperatur ruang. Luas permukaan spesifik silika amorf tertinggi sebesar  $\sim 232 \text{ m}^2/\text{g}$  diperoleh dari proses leaching pada temperatur  $75^\circ\text{C}$ .*

**Kata kunci :** silika amorf, sekam padi, asam asetat, *leaching*.

### Abstract

*Rice husk is one of the most abundant agricultural wastes in Indonesia which has not been optimally utilised. Direct burning of rice husks on sites have created air pollution and environmental problems. In fact, about 20% of rice husk contains amorphous silica which is quite reactive and have a great potential to be used as a raw material for silica based products. The aim of experiment is to study the effect of temperature during the pre-treatment process using acetic acid on the characteristics of the resulting silica. The characterisation of silica ashes included the analysis of composition and structure using Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), X-ray Diffraction (XRD), X-ray Fluorescence (XRF). The specific surface area of silica was determined using Brunauer, Emmet, Teller-Surface Area Analyzer (BET-SAA). Silica produced from this experiment had an amorphous form. The highest silica purity with Si content of 93,4% was obtained from rice husk treated at room temperature. The highest specific surface area of the amorphous silica was derived from the leaching process of rice husks conducted at  $75^\circ\text{C}$ .*

**Keywords:** Amorphous silica, rice husk, acetic acid, *leaching*.

### PENDAHULUAN

Sebagian besar penduduk Indonesia mengonsumsi beras sebagai makanan pokok. Pertambahan jumlah penduduk mengakibatkan konsumsi beras yang semakin bertambah. Konsumsi beras yang tinggi di Indonesia menuntut tingkat produksi beras yang besar pula. Produksi padi di Indonesia mengalami peningkatan dari tahun ke tahun

berdasarkan statistik (FAO, 2010). Indonesia merupakan salah satu negara produsen beras terbesar di kawasan Asia Tenggara dan menghasilkan limbah pertanian yang cukup melimpah, salah satunya berupa sekam padi. Dari proses penggilingan padi biasanya diperoleh sekam padi sekitar 20-30% bobot awal gabah. Sekam padi memiliki banyak potensi yang dapat dikembangkan, salah satunya adalah

sebagai sumber silika. Sekam padi mengandung silika paling banyak dibandingkan dengan produk samping padi lainnya. Kandungan abu dalam sekam padi adalah sekitar 20% dan lebih dari 90% abu tersebut adalah silika (Sapei, 2012).

Silika yang dihasilkan dari abu sekam padi hasil pembakaran merupakan silika amorf (Chandrasekhar, 2005; Umeda, 2008; Sapei, 2012). Silika amorf dalam berbagai kondisi dianggap lebih reaktif dibanding silika kristalin dan memiliki struktur sferikal yang rumit. Struktur rumit tersebut menyebabkan luas area permukaan yang tinggi, biasanya di atas 3 m<sup>2</sup>/g (Kirk-Othmer, 1984). Oleh karena itu silika amorf dapat dibuat menjadi silika sol, silika gel, silika endapan, dan silika pirogenik. Silika juga dapat dimanfaatkan untuk bahan katalis, campuran pada tinta, bahan pengeras beton, komponen deterjen dan sabun, serta sebagai unsur pengeras pada pembuatan batu bata. Silika mempunyai sifat higroskopis sehingga dapat digunakan sebagai bahan penyerap air. Pada saat ini, dengan berkembangnya teknologi nano-material, silika dapat diproses menjadi bentuk nanosilika yang penggunaannya jauh lebih luas dan bernilai ekonomis seperti untuk industri semikonduktor dan industri berteknologi tinggi (Zaky, 2007).

Silika dari sekam padi dapat diperoleh dengan berbagai cara. Secara sederhana, proses isolasi silika dapat dilakukan dengan cara pembakaran langsung. Namun, metode pembakaran ini jika tidak disertai dengan perlakuan yang tepat akan menghasilkan abu yang sudah mengalami transformasi menjadi silika kristalin. Hal ini disebabkan oleh keberadaan senyawa-senyawa pengotor inorganik seperti senyawa-senyawa mineral yang mengandung kalium (K) dan sodium (Na) yang dapat menurunkan titik leleh silika sehingga dapat mempercepat perubahan fasa amorf menjadi kristalin (Umeda, 2008). Senyawa-senyawa pengotor inorganik ini dapat dihilangkan dari sekam padi melalui proses *leaching* menggunakan larutan asam untuk mendapatkan silika dengan kemurnian yang tinggi sebelum proses pengabuan. Para peneliti pendahulu melakukan proses perlakuan awal sekam padi menggunakan HCl (Sapei, 2011), H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan asam sitrat (Umeda, 2008), asam asetat (Rafiee, 2012), HNO<sub>3</sub> dan asam oksalat (Chandrasekhar, 2005), sebelum melakukan proses thermal.

Pada penelitian ini, akan dilakukan perlakuan awal berupa proses *leaching* menggunakan asam asetat sebelum proses thermal (pembakaran) untuk memperoleh silika dengan kemurnian yang lebih tinggi. Asam yang digunakan yaitu asam organik CH<sub>3</sub>COOH (asam asetat). Asam organik ini bersifat tidak korosif dan lebih ramah lingkungan. Di samping itu, kajian mengenai proses isolasi silika menggunakan perlakuan awal menggunakan asam asetat masih sangat terbatas. Pengaruh temperatur selama proses *leaching* selama proses perlakuan awal sekam padi akan dipelajari pengaruhnya

terhadap kemurnian dan karakteristik silika. Karakterisasi silika yang dihasilkan dilakukan menggunakan FTIR, XRD, XRF, dan BET-SAA. Silika yang diperoleh dari penelitian ini diharapkan memenuhi kriteria *high-grade* silika, yaitu memiliki sifat amorf serta memiliki kemurnian dan luas permukaan yang tinggi.

## METODE PENELITIAN

### Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sekam padi dari Mojokerto, asam asetat glasial p.a. (Merck, Indonesia), air jernih dan akuades. Alat yang digunakan adalah reaktor berpengaduk, alat pemanas, dan alat-alat gelas.

### Isolasi Silika

Isolasi silika dilakukan melalui 3 tahap, yaitu tahap persiapan bahan baku, tahap *leaching* menggunakan asam asetat, dan tahap pengabuan. Persiapan bahan baku dilakukan dengan membersihkan sekam dari kotoran seperti dedak, jerami dan sebagainya. Setelah itu, dicuci dengan air keran dan dilanjutkan dengan akuades. Kemudian sekam padi dikeringkan dengan menggunakan oven (Memmert, Germany) selama 2 jam. Sekam yang telah bersih dari pengotor lalu ditimbang dan dikemas.

Proses pengabuan dilakukan dengan membakar sekam padi dengan tungku (Ney VULCAND-550, Dentsply Ceramco, USA) pada suhu tinggi selama 5 jam. Kemudian abu sekam padi yang diperoleh tanpa perlakuan awal ini selanjutnya dinyatakan sebagai sampel "kontrol". Berat abu yang dihasilkan ditimbang untuk penentuan kadar abu menggunakan metode gravimetri.

Sekam padi yang telah dikemas, dimasukkan ke dalam reaktor berpengaduk bervolume 1000 mL lalu ditambahkan larutan asam asetat glasial 3 M. Proses *leaching* dilakukan selama 60 menit pada suhu ruang dan 75 °C. Pada temperatur tinggi, kondensor dipasang untuk mengembalikan aliran refluks. Sekam padi yang telah mengalami perlakuan awal kemudian disaring dan dicuci dengan akuades beberapa kali sebelum dikeringkan dengan oven (Memmert, Germany) pada suhu 105 °C selama 2 jam. Sekam padi yang sudah mengalami perlakuan awal kemudian dibakar pada suhu 750°C selama 5 jam menggunakan tungku (Ney VULCAN D-550, Dentsply Ceramco, USA) untuk penghilangan senyawa-senyawa organik yang terdapat dalam sekam padi. Abu silika yang diperoleh kemudian ditimbang.

### Karakterisasi Abu Silika

Abu sekam padi dikarakterisasi menggunakan instrumentasi FTIR, XRD, XRF, dan BET-SAA. Pada analisis gugus fungsi yang dimiliki, abu silika dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform*

*Infrared Spectroscopy* (FTIR) (Bruker Tensor, Germany) yang dilakukan di Laboratorium Polimer dan Membran, Universitas Surabaya dengan menggunakan pelet KBr pada udara kering 25 °C. Setiap spektrum yang dihasilkan berasal dari *scanning* rata-rata sebanyak 32 kali. Pengujian ini dilakukan pada rentang bilangan gelombang 400–4000 cm<sup>-1</sup>.

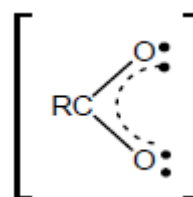
*X-ray Diffraction* (XRD) (X'Pert Pro PACAnalytical, Netherlands) untuk mengetahui sifat kristalinitas abu silika yang dihasilkan. Analisis dilakukan pada rentang  $2\theta=5-70^\circ$  pada Laboratorium Energi ITS. Penentuan kadar unsur dalam abu teridentifikasi menggunakan *X-ray Fluorescence* (XRF) (PANalytical, MiniPal4, Netherlands) di Laboratorium Fisika Universitas Negeri Malang. Sedangkan luas permukaan spesifik dengan *Brunauer, Emmet, Teller-Surface Area Analyzer* (BET-SAA), (Quantachrome, USA) dilakukan di Laboratorium Energi ITS.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Kadar abu yang diperoleh dari sekam padi tanpa perlakuan awal (kontrol) adalah sebesar 22,6 %, sedangkan kadar abu silika rata-rata yang diperoleh dari sekam padi dengan perlakuan awal menggunakan asam asetat adalah sebesar ~21%. Abu (kontrol) berwarna putih keabuan dibandingkan abu silika yang secara umum berwarna putih. Hal ini menunjukkan bahwa perlakuan awal menggunakan asam asetat mampu melucuti pengotor-pengotor logam alkali yang terdapat pada sekam padi sehingga menghasilkan silika dengan kemurnian yang lebih tinggi.

Kemurnian abu silika berdasarkan pengujian menggunakan XRF dapat dilihat pada Tabel 1. Tampak bahwa silika yang diperoleh dari sekam padi dengan perlakuan awal menggunakan asam asetat memiliki kandungan Si yang lebih tinggi (>92%) dibandingkan dengan kandungan Si dalam abu yang diperoleh tanpa perlakuan awal (~85%). Tampak pula penurunan kandungan unsur selain silikon, seperti kalium (K), kalsium (Ca), mangan (Mn), besi (Fe), tembaga (Cu), nikel (Ni), dan zink (Zn). Hal ini menunjukkan bahwa perlakuan awal sekam padi menggunakan asam asetat sebelum proses thermal mampu meningkatkan kemurnian silika. Selama proses *leaching* menggunakan asam asetat, kadar K (kalium) pada abu silika turun secara signifikan sebesar ~90%. Senyawa yang mengandung kalium merupakan salah satu pengotor utama dalam sekam padi yang keberadaannya sangat mengganggu proses isolasi silika murni dari sekam padi (Sapei, 2008). Penghilangan logam-logam alkali seperti K dan Ca dapat terjadi melalui proses pengikatan dengan adanya interaksi antara

senyawa-senyawa yang mengandung logam tersebut dengan asam asetat. Penurunan kadar logam-logam transisi seperti Mn dan Fe erat kaitannya dengan pembentukan senyawa kompleks (ion kompleks). Ada kemungkinan terbentuknya ikatan koordinasi antara asam asetat sebagai pelarut dengan logam-logam transisi tsb. Dalam hal ini, asam asetat berperan sebagai ligan yang bersifat basa Lewis (Gambar 1) yang mampu mendonorkan 1 pasangan elektron bebas ke dalam logam transisi yang berperan sebagai asam Lewis. Logam transisi ini kemudian berperan sebagai suatu atom pusat. Pada tahap berikutnya, ion kompleks ini mampu berikatan dengan logam alkali seperti kalium (K) dan alkali tanah (Ca). Adanya pembentukan ikatan ini juga turut menyebabkan kadar unsur K dan Ca berkurang.

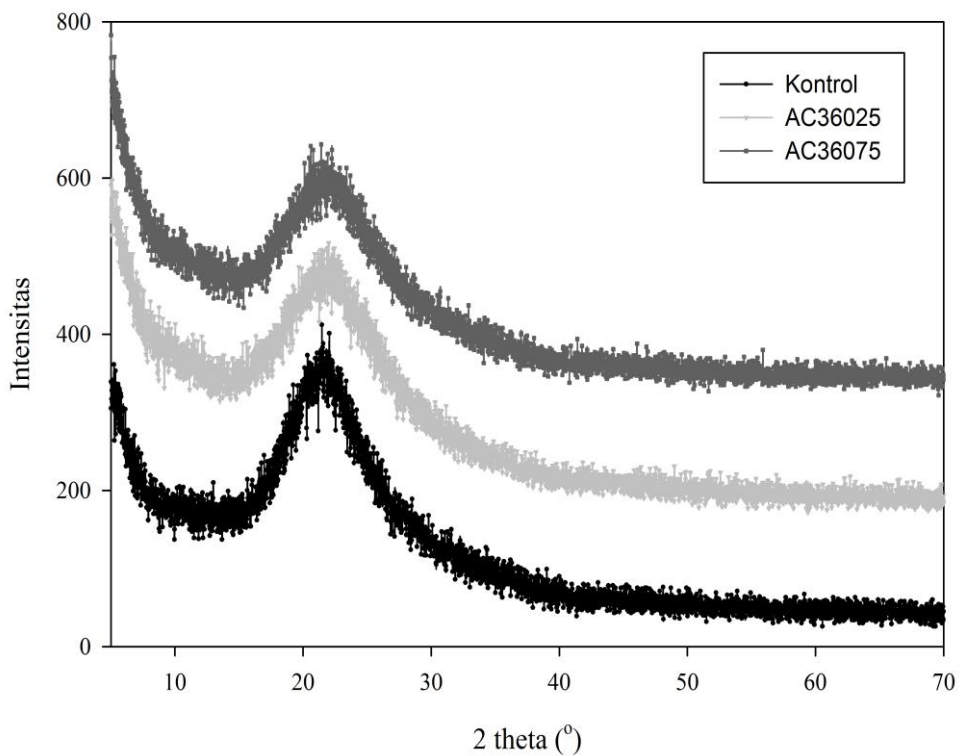


Gambar 1. Ligan bidentat dari asam asetat

Tabel 1. Hasil uji XRF abu sekam padi

| Sampel    | Kadar Elemen (%) |         |         |
|-----------|------------------|---------|---------|
|           | Kontrol          | AC36025 | AC36075 |
| Si        | 84,70            | 93,4    | 92,1    |
| K         | 4,68             | 0,43    | 0,33    |
| Ca        | 5,83             | 2,80    | 3,13    |
| Cr        | 0,079            | 0,085   | 0,11    |
| Mn        | 0,92             | 0,25    | 0,18    |
| Fe        | 1,22             | 0,62    | 1,12    |
| Ni        | 1,56             | 1,44    | 1,94    |
| Cu        | 0,22             | 0,21    | 0,30    |
| Zn        | 0,13             | 0,03    | -       |
| Lain-lain | 0,63             | 0,75    | -       |

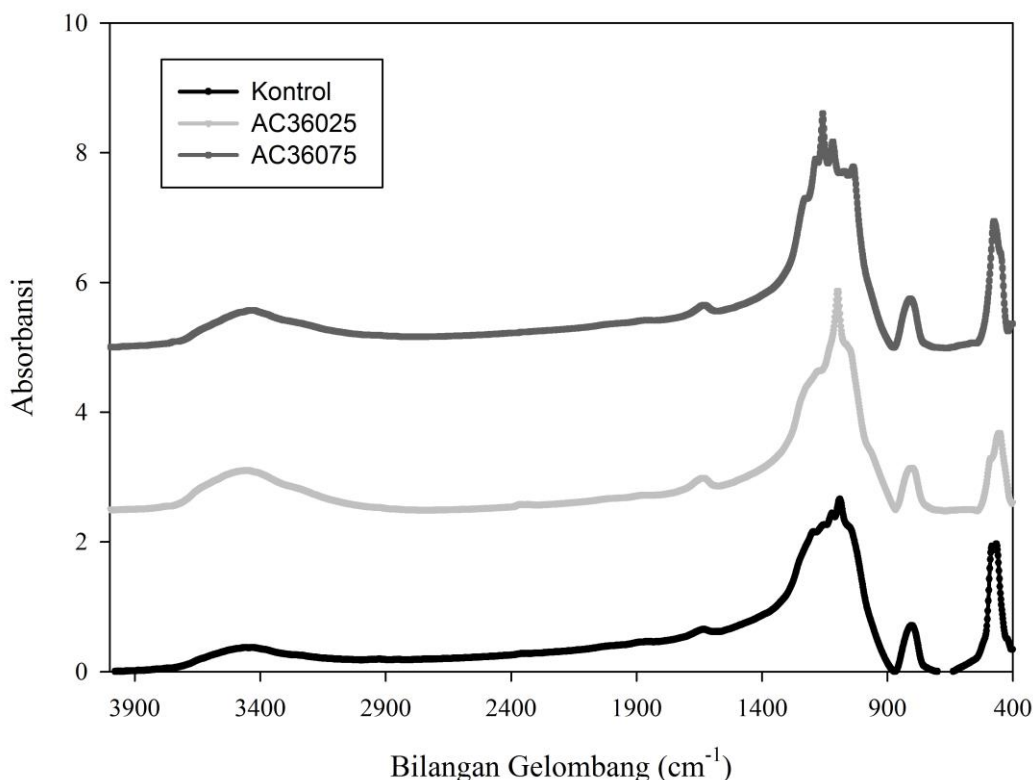
Silika yang diperoleh dari sekam padi dengan proses *leaching* pada temperatur ruang memiliki kandungan Si yang sedikit lebih tinggi dibandingkan dengan kadar Si pada silika yang diperoleh melalui proses *leaching* pada 75 °C. Berdasarkan hasil uji XRD (Gambar 2), abu silika yang diperoleh dari pembakaran sekam padi yang baik yang mengalami perlakuan awal maupun tidak memiliki bersifat amorph. Hal ini ditunjukkan dari puncak yang landai pada kisaran  $2\theta = 22^\circ$  yang merupakan karakteristik silika amorph. Hal ini bersesuaian dengan penelitian sebelumnya bahwa silika yang diisolasi dari sekam padi memiliki struktur amorf (Sapei, 2011; Umeda, 2008) dan silika yang ada di tanaman pada umumnya memiliki sifat amorf (Sapei, 2007).



**Gambar 2. Hasil analisa XRD abu sekam padi**

Sifat amorf dari abu silika yang dihasilkan juga tampak dari spektra FTIR (Gambar 3). *Fingerprint* silika amorf ditunjukkan oleh 3 bilangan gelombang yang terdapat interval bilangan gelombang 460-487  $\text{cm}^{-1}$ , 808-823  $\text{cm}^{-1}$ , and 1064-1089  $\text{cm}^{-1}$ . Spektra FTIR ini menunjukkan banyak kemiripan dengan abu silika yang diperoleh dengan menggunakan perlakuan awal menggunakan asam klorida, HCl (Sapei, 2012). Puncak pada bilangan gelombang 1100-1000 dan 800  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan keberadaan siloxanes,  $-(\text{SiO})_n-$  yang masing-masing disebabkan oleh vibrasi *stretching* dari Si-O-Si asimetris dan simetris (Socrates, 2001).

Absorpsi yang ditunjukkan pada rentang bilangan gelombang disebabkan oleh vibrasi bending gugus O-Si-O (Moenke, 1974). Kandungan air yang terdapat dalam abu silika ditunjukkan oleh puncak yang lebar pada bilangan gelombang 3460-3471  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan keberadaan gugus -OH *stretching* baik yang berasal dari Si-OH maupun  $\text{H}_2\text{O}$  (Moenke, 1974). Di samping itu, air yang teradsorpsi secara fisik ditunjukkan oleh puncak yang terdapat pada bilangan gelombang 1635-1658  $\text{cm}^{-1}$  yang disebabkan oleh vibrasi H-O-H bending (Moenke, 1974).



Gambar 3.

Luas permukaan spesifik abu sekam padi yang dihasilkan dapat dilihat pada Tabel 2. Luas permukaan spesifik abu sekam padi kontrol memiliki luas permukaan yang paling rendah. Hal ini disebabkan oleh keberadaan logam-logam pengotor seperti K. Senyawa yang mengandung K akan berinteraksi dengan silika saat proses thermal yang mengakibatkan tertutupnya pori-pori silika yang dihasilkan (Sapei, 2008). *Leaching* menggunakan asam asetat mampu menurunkan kadar K secara signifikan yang menyebabkan peningkatan luas permukaan spesifik abu silika. Luas permukaan spesifik dari silika yang diperoleh melalui proses perlakuan awal pada suhu tinggi meningkat sebanyak ~13 kali lipat dibandingkan luas permukaan spesifik silika yang diperoleh melalui proses *leaching* pada temperatur ruang yang hanya meningkat ~3 kali lipat saja. Hal ini menunjukkan bahwa proses *leaching* pada temperatur tinggi cukup efektif dalam membuka pori-pori silika yang terbentuk selama proses thermal. Ada kemungkinan pelarutan senyawa-senyawa organik yang lebih banyak selama proses *leaching* pada temperatur tinggi yang meninggalkan rongga-rongga dalam struktur sekam padi yang turut

berkontribusi pada peningkatan luas permukaan spesifik silika yang dihasilkan.

Tabel 2. Hasil Uji BET Abu Sekam Padi

| Sampel  | Luas Permukaan Spesifik BET (m <sup>2</sup> /g) |
|---------|---|
| Kontrol | 17,909  |
| AC36025 | 55,734  |
| AC36075 | 232,364   |

## SIMPULAN

Silika yang dihasilkan berupa silika amorf berdasarkan hasil uji XRD dan FTIR. Kadar Si dalam abu silika yang dihasilkan mengalami peningkatan dari ~85% menjadi ~92-93% apabila sekam padi mengalami perlakuan awal terlebih dahulu sebelum proses thermal menggunakan asam asetat baik pada temperatur ruang maupun temperatur tinggi. Luas permukaan spesifik tertinggi sebesar ~232 m<sup>2</sup>/g ditunjukkan oleh abu silika yang diperoleh melalui proses *leaching* pada suhu tinggi. Hal ini menunjukkan bahwa proses *leaching* sekam padi pada temperatur tinggi mampu menghasilkan silika dengan kemurnian dan luas permukaan yang tinggi.

### UCAPAN TERIMA KASIH

Peneliti mengucapkan terima kasih kepada Dyah Ayu Ambarsari yang menganalisis gugus fungsi menggunakan FTIR. Dana penelitian ini berasal dari hibah kompetitif internal Lembaga Penelitian dan Pengabdian Masyarakat (LPPM) Universitas Surabaya.

### CATATAN

Abu silika yang diperoleh melalui perlakuan awal sekam padi menggunakan asam sebelum pembakaran ditulis menggunakan simbol ACxyzz, di mana AC menunjukkan asam asetat, x menunjukkan konsentrasi asam asetat dalam molar (M), yy adalah waktu *leaching* (menit), zz adalah temperatur *leaching* (°C).

AC36025 = abu silika yang diperoleh melalui proses *leaching* menggunakan 3 M asam asetat selama 60 menit pada temperatur ruang, kemudian dibakar.

AC36075 = abu silika yang diperoleh melalui proses *leaching* menggunakan 3 M asam asetat selama 60 menit pada temperatur 75 °C, kemudian dibakar.

### DAFTAR PUSTAKA

- Chandrasekhar.S., Pramada.P.N., Praveen.L., 2005. *Effect of Organic Acid Treatment on the Properties of Rice Husk Silica*, Journal of Materials Science 40, 6353-6544.
- FAO (Food and Agriculture Organization), 2014, Negara Produsen Padi Terbesar di Dunia, <http://www.fao.org/> diakses pada 7 Oktober 2014.
- Kirk, R.E., Othmer, 1984, “*Encyclopedia of Chemical Technology*”, Edisi ke-4, John Wiley and Sons, Inc., New York, Vol. 21.
- Moenke, H.H.W., 1974, “*Chapter 16 Silica, the three-dimensional silicates, borosilicates and beryllium silicates*” in The Infrared Spectra of Minerals, Diambil dari edisi ke-4, Farmer, V.C., Mineralogical Society, London.
- Rafiee.E., Shahebrahimi.S., Feyzi.M., Shaterzadeh. M., 2012. *Optimization of Synthesis and Characterization of Nanosilica Produced from Rice Husk (a common waste material)*, International Nano Letters 2, 29.
- Sapei.L., Gierlinger.N., Hartmann.J., Nöske.R., Strauch.P., Paris.O., 2007. *Structural and Analytical Studies of Silica Accumulations in Equisetum hyemale*. Journal of Analytical and Bioanalytical Chemistry 389, 1249-1257.
- Sapei.L., Nöske.R., Strauch.P., Paris.O., 2008. *Isolation of Mesoporous Biogenic Silica from the Perennial Equisetum hyemale*. Chem. Mater 20, 2020-2025.
- Sapei.L., Miryanti.A., Widjaja.L.B., 2012. Isolasi dan Karakterisasi Silika dari Sekam Padi dengan Perlakuan Awal Menggunakan Asam Klorida, Prosiding SINTECH-1 The First Symposium in Industrial Technology, Fakultas Teknologi Industri UPN Veteran Yogyakarta A-8 – A-16. ISSN: 2302-8033.
- Socrates, G., 2001, “*Infrared and Raman Characteristic Group Frequencies, Tables and Chart*”, Edisi ke-3, John Willey and Sons Ltd, England, 241-247.
- Umeda.J., Kondoh.K., 2008. *High-Purity Amorphous Silica Originated in Rice Husks via Carboxylic Acid Leaching Process*. Journal of Materials Science 22, 7084-7090.
- Zaky.R.R., Hessien M.M., El-Midany A.A., Khedr M.H., Abdel-Aal E.A., El-Barawy K.A., 2007. *Preparation of Silica Nanoparticles from Semi-Burned Rice Straw Ash*. Powder Technology 185, 31-35.